

MANUFACTURING METHOD OF FERRITE MAGNETIC POWDER

Patent number: JP2001160506
Publication date: 2001-06-12
Inventor: AIZAWA SATOSHI; SAKAI TOSHIYUKI
Applicant: DOWA MINING CO.; NIPPON BENGARA KOGYO KK
Classification:
- **international:** H01F1/11; B22F9/20
- **european:** H01F1/113
Application number: JP19990343501 19991202
Priority number(s): JP19990343501 19991202

[Report a data error here](#)

Abstract of JP2001160506

PROBLEM TO BE SOLVED: To enable ferrite magnetic powder used for a bonded magnet or the like to be improved in non-reactivity and affinity to binder or resin. **SOLUTION:** A burned product of ferrite composition is pulverized and annealed for the formation of ferrite magnetic powder of pH 9 or above, the ferrite magnetic powder is suspended in water, and carbon dioxide gas is blown into the suspension, by which ferrite magnetic powder which is 0.010 to 0.040 wt.% in carbon content and of pH 6 to below pH 9 can be obtained.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-160506

(P 2001-160506 A)

(43) 公開日 平成13年6月12日(2001.6.12)

(51) Int.Cl.

H01F 1/11

B22F 9/20

識別記号

F I

B22F 9/20

H01F 1/11

テマコード (参考)

A 4K017

B 5E040

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全4頁)

(21) 出願番号

特願平11-343501

(22) 出願日

平成11年12月2日(1999.12.2)

(71) 出願人 000224798

同和鉱業株式会社

東京都千代田区丸の内1丁目8番2号

(71) 出願人 595156333

日本弁柄工業株式会社

岡山県和気郡佐伯町矢田1099-3

(72) 発明者 相澤 聰

東京都千代田区丸の内1丁目8番2号 同
和鉱業株式会社内

(74) 代理人 100076130

弁理士 和田 憲治 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 フエライト磁性粉の製法

(57) 【要約】

【課題】 ポンド磁石等に用いるフエライト磁性粉のバ
インダーや樹脂に対する非反応性・親和性を改善する。

【解決手段】 フエライト組成の焼成品を粉碎したあとア
ニール処理して得たpH 9以上のフエライト磁性粉を水
中に懸濁させ、この懸濁液に炭酸ガスを吹き込むこと
により、炭素含有量が0.010~0.040重量%でpH
が6~9未満のフエライト磁性粉を得る。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 フエライト組成の焼成品を粉碎したあとアニール処理して得たpH9以上のフエライト磁性粉を水中に懸濁させ、この懸濁液に炭酸ガスを吹き込むことを特徴とするフエライト磁性粉の製法。

【請求項2】 フエライト組成の焼成品を粉碎したあとアニール処理して得たpH9以上のフエライト磁性粉を水中に懸濁させ、この懸濁液に炭酸ガスを吹き込んだあと乾燥して炭素含有量が0.010～0.040重量%でpHが6～9未満のフエライト磁性粉を得ることを特徴とするフエライト磁性粉の製法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、樹脂系バインダーとの非反応性・親和性に優れたフエライト磁性粉の製法に関する。

【0002】

【従来の技術】 ボンド磁石は磁性粉を樹脂やゴム等のバインダーで固定するので、焼結磁石に比べてバインダー分だけ磁性粉の磁石構成割合が低下する。このため、ボンド磁石の磁気特性はその磁性粉本来の特性はもとより、該磁性粉をどれだけ多くバインダー中に含有させることができるか（換言すれば充填率をどれだけ高めることができるか）にかかっている。

【0003】 バインダー中での磁性粉の充填率は、磁性粉の粒径や粒度分布、粒子の形状や表面形態、バインダーの種類等の様々な因子に影響されるが、そのベースとしてバインダーの本来の性質を変質させることなく且つバインダーとのなじみが良いことが肝要である。本明細書において、バインダーの本来の性質を劣化させないような磁性粉の性質を「磁性粉の非反応性」と呼び、バインダーとのなじみ性を「磁性粉の親和性」と呼ぶ。

【0004】 磁性粉の非反応性・親和性が良くないとバインダーとの混練時や混練物（コンパウンド）の成形時に粘性を高め、流動性が低下して、機械的ストレスが磁性粒子に加わることになる。機械的ストレスが磁性粒子に加わると歪みが発生し、保磁力を低下させる。

【0005】 フエライト磁性粉の非反応性・親和性は、例えば混練トルクの測定によって評価することができる。混練トルクが小さいほど、そして混練トルクが短時間で安定した小さい値となれば、樹脂との非反応性・親和性（相溶性）が良好であると言える。

【0006】 このようなバインダーとの非反応性・親和性が良好であることは、いかなる成分組成のフエライト磁性粉でも、またいかなる粒子形態のフエライト磁性粉でも共通して具備することが望まれる。しかし、かようなフエライト磁性粉の成分組成や粒子形態に係わらずバインダーとの非反応性・親和性を向上させるための対策はこれまで具体化していない。同様のことはボンド磁石のみならずフエライト磁性粉をバインダー樹脂中に分散

含有させた磁性層をもつ磁気記録媒体の場合についても言える。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、フエライト磁性粉の成分組成や粒子形態に係わらず、フエライト磁性粉のバインダー（結合剤樹脂）との非反応性・親和性を高めることを課題としたものであり、この非反応性・親和性の向上によって、混練・成形時の機械的ストレスを軽減し且つ充填密度を向上させることにより、ボンド磁石や磁性層の磁気特性を一層向上させることを課題としたものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】 本発明によれば、フエライト組成の焼成品を粉碎したあとアニール処理して得たpH9以上のフエライト磁性粉を水中に懸濁させ、この懸濁液に炭酸ガスを吹き込むことを特徴とするフエライト磁性粉の製法を提供する。この製法によると炭素含有量が0.010～0.040重量%でpHが6～9未満のフエライト磁性粉を有利に得ることができる。このフエライト磁性粉は樹脂バインダーとの非反応性・親和性が良好である。ここで、0.010～0.040重量%の炭素はフエライト粒子中に固溶している必要はなく炭素化合物の形態で粒子の表面部分に存在している場合を含む。

【0009】

【発明の実施の形態】 フエライト磁性粉は、その成分組成や粒子形態には種々のものがあるが、その製法は、乾式法の場合には、一般に、原料配合→造粒→焼成→粉碎→水洗・脱水→乾燥→解碎→アニール→製品の諸工程からなる。

【0010】 最終工程の「アニール」は焼成後の粉碎時（さらには乾燥後の解碎時）に発生した結晶歪みを除去するためのものである。粉碎時や解碎時に発生した結晶歪みは磁気特性とくに保磁力を低下させるからである。このアニール工程を経ると、フエライト磁性粉のpHは1.0～1.2程度となり、強アルカリを呈するようになる。このpH値の上昇は、アルカリ土類金属を含有するフエライト磁性粉の場合特に顕著となる。

【0011】 フエライト磁性粉がこのように強アルカリを呈すると、ボンド磁石や磁性層に利用される場合にバインダー樹脂を変質させたり硬化反応に障害を与えるので、バインダーと混練されたコンパウンドの粘性や流動性に悪影響を及ぼす。また、この強アルカリ磁性粉を用いた製品では、これと接触する金属を腐食させるケースも多々認められている。

【0012】 本発明によれば、アニールされて強アルカリ（pH9以上）となったフエライト磁性粉をいったん水中に懸濁させ、この懸濁液にCO₂（炭酸ガス）を吹き込むことによって、この問題の解決を図ったものである。このフエライト磁性粉に対する水中での炭酸ガス処理

理は常温で実施することができ、炭酸ガスの吹き込み量と吹き込み速度は、フェライト磁性粉1モルに対しCO₂ 0.1～5.0モルを1～120分間にわたって接触させるようにすればよい。また、フェライト磁性粉の水中での懸濁量はパルプ濃度が5～50重量%となる範囲とすればよい。

【0013】この炭酸ガス処理を終えたあとは、液からフェライト磁性粉をろ別し、水洗したあと、乾燥処理する。得られる乾燥品は部分的に凝集したものとなるが、その凝集力は非常に弱いので、簡単な解碎処理で、すなわち強いせん断力を必要としないような簡易な解碎処理で、個々の独立した粒子からなる乾燥粉体となる。したがって、この解碎処理を行っても結晶歪みが残存するようなことはなく、再びアニールすることは不要である。この凝集が少ないことが、本発明法の一つの特徴でもある。凝集が少ない理由としては、炭酸ガス処理によって表面に炭酸系の化合物が付着していることがその原因であるとも考えられる。他方、炭酸ガス吹き込みに代えて懸濁液に亜鉛酸を添加する中和処理では、その乾燥品には凝集が起り、かなり強度のある解碎処理を必要とし、この場合には内部歪みの発生を皆無にすることは困難である。

【0014】このようにして、該フェライト磁性粉を水中で炭酸ガスと接触させる処理を経た乾燥品は0.010～0.040重量%の炭素を含有し且つpHが6～9未満、場合によってはpHが7未満、特にpHが6～7未満のフェライト磁性粉となり、この炭素含有量範囲とpH値では樹脂系バインダーとの非反応性・親和性が良好となり、且つ得られる製品の磁気特性も良好なもののが得られる。フェライト磁性粉のpH値はJIS K 5 101の測定法に従って得られる値を意味する。炭素含有量は炭素化合物としてフェライト磁性粉に含浸または付着している場合には該化合物中の炭素成分の含有量を言う。また、本発明が対象とするフェライト磁性粉は、その成分組成が限定されるものではないが、アルカリ土類金属を構成成分とするフェライト磁性粉に対して特に有益である。

【0015】

【実施例】【実施例1】酸化鉄と炭酸ストロンチウムをモル比で5.75になるように秤量して混合し、これを水で造粒し、乾燥後、電気炉中1270℃で2時間焼成した。この焼成品をサンプルミルで粉碎し、さらにウエットミルで湿式粉碎して、平均粒子径が1.4μmのストロンチウムフェライト磁性粉を得た。この磁性粉を電気炉中で950℃で1時間アニールした。このようにし

て、炭素含有量0.01重量%、pH 10.4、水分0.07重量%のフェライト磁性粉を得た。

【0016】この磁性粉1200gを水と混合してパルプ濃度25重量%の懸濁液とし、この懸濁液に炭酸ガスを1リットル/分の吹き込み速度で60分間吹き込んだ。次いで脱水・乾燥し、この乾燥品を高速攪拌式解碎機で解碎し、平均粒子径が1.5μmのストロンチウムフェライト磁性粉を得た。得られた磁性粉を分析したところ炭素含有量は0.025重量%であり、pHは6.6であった。

【0017】また、得られた磁性粉をシランカップリング剤0.5%で表面処理したもの152.1gと、6-ナイロン17.9gを用いて、ラボプラスミル（東洋精機製作所製）により、300℃の温度で、混練時間2.5分と15分での混練トルクを測定した。その結果を表1に示した。また、この混練物を供試材として、メルトイインデクサーにより、温度270℃、荷重10Kg、試料挿入量15gの条件でフルトフローレート（MFR）を測定した。その結果も表1に示した。

【0018】さらに、射出成形機により、該混練物を温度300℃のもとで射出圧力10.0MPa、配向磁場1.0T（テスラ）で軸方向に配向しながら、直径13.8mmで高さ8mmの円筒形ピースに成形してボンド磁石を製作した。このボンド磁石の磁気特性をB-Hトレーサーで測定し、その結果も表1に示した。

【0019】【実施例2】炭酸ガスを1リットル/分の吹き込み速度で15分間吹き込んだ以外は、実施例1を繰り返した。得られた磁性粉を実施例1と同様の試験に供し、その試験結果を表1に併記した。

【0020】【実施例3】炭酸ガスを1リットル/分の吹き込み速度で3分間吹き込んだ以外は、実施例1を繰り返した。得られた磁性粉を実施例1と同様の試験に供し、その試験結果を表1に併記した。

【0021】【比較例】実施例1で得たアニール済の磁性粉（炭素含有量0.01重量%、pH 10.4、水分0.07重量%）3Kgを容量10リットルの高速攪拌型ミキサーに投入し、攪拌しながら炭酸ガスを流量1リットル/分で30分間流し込んだ。この処理を終えた磁性粉を分析したところ炭素含有量は0.031重量%であり、pHは9.6であった。得られた磁性粉を実施例1と同様の試験に供し、その試験結果を表1に併記した。

【0022】

【表1】

	C量 (wt%)	pH	混練トルク(Kg·m)		流動性	磁気特性				
			混練時間(分)			(g/10min)	Br (T)	BHc kA/m	iHc kA/m	
			2.5	15						
実施例1	0.025	6.6	119	31.9	31.1	0.3034	167.4	187.7	17.7	
実施例2	0.024	7.3	122	32.3	26.6	0.2996	167.2	186.6	17.5	
実施例3	0.024	8.4	135	32.8	27.5	0.2983	165.3	192.7	17.2	
比較例	0.031	9.6	140	33.7	25.4	0.2955	180.0	215.5	16.9	

【0023】表1の結果に見られるように、本発明に従う磁性粉は比較例のものに比べて混練トルクが低くなり且つ流動性も良好であり、非反応性・親和性が向上したことがわかる。この結果、ボンド磁石のBrおよびBH_{max}が向上が向上した。

【0024】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によると、樹脂系バインダーに対して非反応性・親和性に優れたフェライト磁性粉が得られる。この磁性粉は樹脂系バインダーに対して高い充填率で且つその磁気特性を劣化することなく分散させることができるので、磁気特性の良好なボンド磁石を高歩留りで得ることができる。

フロントページの続き

(72)発明者 酒井 敏行
東京都千代田区丸の内1丁目8番2号 同
和鉱業株式会社内

Fターム(参考) 4K017 AA01 BA10 DA04 EA03 FA29
5E040 AA11 AA19 BB04 CA01 HB17
NN02 NN17